# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-106570

(43)Date of publication of application: 20.04.1999

(51)Int.Cl.

CO8L 23/00 B29B 9/14 C08J C08J CO8K CO8K 7/02 CO8L 77/00

(21)Application number: 09-266151

(22)Date of filing:

30.09.1997

(71)Applicant: UBE IND LTD

(72)Inventor: YAMAMOTO SHINJI

**ASANO YUKIHIKO ODA DENICHI** NAKAYAMA KIMIO

# (54) POLYOLEFIN-POLYAMIDE RESIN COMPOSITION AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a resin composition which can give moldings being excellent in rigidity, strengths and creep resistance and having low density by mixing a polyolefin with a polyamide and a silane coupling agent in a specified ratio to form a structure in which the polyamide is dispersed in the form of fibers.

SOLUTION: 90-40 pts.wt. polyolefin, 10-60 pts.wt. polyamide and 0.1-5.5 pts.wt., per 100 pts.wt. total of the both resins, silane coupling agent are mixed with each other. It is desirable that the polyamide dispersed in the form of fibers has an average fiber diameter of 1  $\mu m$  or below and an aspect ratio of 20-1,000. The polyolefin, the polyamide and the silane coupling agent are melt-kneaded and extruded, and the extrudate is drafted, taken off and stretched or rolled to form pellets in which the polyamide are dispersed in the form of fibers having an average fiber diameter of 1  $\mu m$  or below.

【物件名】

刊行物1

【添付書類】 ② **#######** (\*/) 刊行物 1

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出職公開番号

特開平11-106570

(43)公開日 平成11年(1999)4月20日

(51) Int.Cl.*		識別記号		P [						
COBL	23/00			CO	ВL	23/00				
B29B	9/14			B 2 9	9 B	9/14				
C08J	3/12	CES		COL	ВЈ	3/12		CESA		
		CFG						CFGA		
COSK	5/54			CO	ВK	5/54				
	-,		事查酬求	未請求	業	項の数3	OL	(全 8 頁)	最終更	に続く
				<b>_</b>						
(21)出調番号		特膜平9-288151		(71)	出版人	000000	206			
						宇部興	麻林式	会社		
(22) 出順日		平成9年(1997)9月30日		1		山口溪	十部市	西本町1丁目	124325	ŀ
				(72)	発明#	f 山本	新治			
				Ì		千葉媒	市関市	五井南海岸8	書の1	学修贝
						童株式	会社高	分子研究所		
				(72)	見明末	<b>没野</b>	之學			
				ļ		千葉県	市製市	五井南海岸8	書の1	宇宙興
						直株式	会社高	分子研究所		
				(72)	発明律	周田	#-			
				İ		千葉源	市関市	五井南海岸8	書の1	宇部與
						废株式	会社高	分子研究所	•	
				1					<b>景族</b> [	「に続く
				1						

## (54) 【発明の名称】 ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物とその製造方法

## (57)【要約】

【課題】 ゴムや樹脂が分散し易く取扱が簡単なペレット状の組成物を提供することを目的とする。 【解決手段】 (a) ポリオレフィン90~40重量部、(b) ポリアミド重量部10~60重量部及び(a) と(b) の合計100重量%に対して(c) シランカップリング剤〇、1~5、5重量部からなるポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物中にポリアミドが繊維状に分散していることを特徴とする。 (2)

特開平11-106570

#### 【特許請求の範囲】

【講求項1】ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物が以下(a),(b),(c)及び(d)からなる:
(a)ポリオレフィン 90~40重量部、(b)ポリアミド 10~60重量部、(c)(a)と(b) 100重量部に対してシランカップリング剤 0.1~5.5重量部及び(d)ポリアミドがポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物中に繊維状に分散した構造からなることを特徴とする。

【請求項2】繊維状に分散したポリアミドの平均繊維径が1μm以下であり、アスペクト比が20以上、1,000以下であることを特徴とする請求項1記載のポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物。

【請求項3】(a)ポリオレフィン, (b)ポリアミド 及び(c)シランカップリング剤を溶験・混練して押出し、ドラフトを掛けて引取り延伸又は圧延することにより(a)ポリオレフィン中に(b)ポリアミドを平均繊維径1μm以下の繊維状に分散させてペレット状に仕上げることを特徴とする論求項1記載のポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリオレフィンと ポリアミドからなる樹脂組成物であり、ゴムや樹脂の強 化材料として好適に使用できる。

[0002]

【従来の技術】ゴムや樹脂などの弾性率や機械的強度を 向上させるためには、ガラス繊維や無機充填剤を配合し ていた。しかし、これらを配合すると剛性、弾性率、強 度、耐クリープ性が向上するが、成形品の外観が悪くな ったり、成形品が重くなっていた。

【0003】特開平7-238189号公報及び特開平 9-59431号公報にはポリオレフィンとゴム状ポリ マーをマトリックスとして熱可塑性性ポリアミド繊維を 微細な繊維として分散させてた組成物を開示されてい る。これらはゴムと配合すると機械的性質を向上させる ことが可能である。しかし、配合するゴムは限定され混 練中にゲル化する場合もあった。特に高温でゲル化しや すい傾向であり、強度、伸び、弾性率などは本来の性質 が発現されない場合もあった。一方、ポリアミド極細繊 維の製造法として特開昭63-75108号公報には皮 革用基材構成要素として襞を有する内外層の境界線が特 定の顧問を有する多成分繊維が開示されている。特開昭 54-73921号公報にはポリアミドを混合高速防糸 して得られる混合高速防糸繊維をポリスチレンとポリエ チレングリコールを溶媒除去して太さ0.1デニールの ポリアミド極細纖維が開示されている。特開平3-27 9419号公報, 特開平4-272222号公報, 特開 平4-281015号公報にはポリプロピレンとポリア ミドの界面での剥離のない軽量複合繊維が開示されてい 50 る。芯鞘繊維でポリプロピレンの染色性を改善を目的としている。しかし、これらの方法や繊維は口径の小さな防糸ノズルから押し出し、高速防糸したり溶媒処理、その他溶酸して太さ0.1~1デニール(d)の極細繊維を得るのが目的であったので生産性が悪く経済的な製法とは言えない。またこれらの繊維は極細繊維の連続繊維であって光沢や風合の良い織物、合成皮革の素材として優れているがゴムや横脂に充填して混練する場合には連続繊維であるために混練による分散が困難であった。

【0004】高分子化学、29、324、265(1972)及び高分子論文集、47、4、331(1990)には無水マレイン酸変性ポリプロピレンを少量介在させたナイロン/ポリプロピレンブレンド系では両者の相溶性が向上して分散粒子径を極めて小さくして機械的性質(耐衝撃性、引張強度)を向上させている。しかしプレンド比=50/50付近で機械的性質が著しく低下した。

#### [0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の問題を解決して附性、強度、耐クリープ性に優れ密度の小さな成形品を与える組成物を提供することを目的とする。更に極細繊維が経済的に製造できしかも樹脂やゴムに分散性が良く、しかもゴムを配合する時にゲル化しにくいポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物を提供することを目的とする。

#### [0006]

【発明が解決しようとする手段】本発明によれば、

(a) ポリオレフィン90~40重量館、(b) ポリアミド10~60重量部、(c) (a) と(b) 100重量部に対してシランカップリング剤 0.1~5.5重量部及び(d) ポリアミドが繊維状に分散した構造からなるポリオレフィンーポリアミド機脈組成物が提供される。そして、分散したポリアミドが繊維状の平均繊維径が1μm以下であり、アスペクト比が20以上、1.00以下であることを特徴とする。更に(a) ポリオレフィン、(b) ポリアミド及び(c) シランカップリング剤を溶酸・混練して押し出し、ドラフトを掛けて引取り延伸又は圧延することにより(a) ポリオレフィン中に(b) ポリアミドを平均繊維径1μm以下の繊維状に分散させてペレット状に仕上げることを特徴とするポリアミドーポリオレフィン樹脂組成物の製造方法が提供される。

### [0007]

【発明の実施の形態】以下、本発明のポリアミドーポリオレフィン樹脂組成物及びその製造方法における構成成分を具体的に説明する。(a)成分はポリオレフィンであって、80~250℃の範囲の融点のものが好ましい。又、50℃以上、特に好ましくは50~200℃のピカット軟化点を有するものも用いられる。このような好適な例としては、炭素数2~8のオレフィンの単独重

(3)

特開平11-106570

合体や共重合体、及び、炭素数2~8のオレフィンとス **チレンやクロロスチレン、αーメチルスチレンなどの芳** 香族ビニル化合物との共重合体、炭素数2~8のオレフ ィンと酢酸ビニルとの共重合体、炭素数2~8のオレフ ィンとアクリル酸あるいはそのエステルとの共重合体、 炭素数2~8のオレフィンとメタアクリル酸あるいはそ のエステルとの共重合体,及び炭素数2~8のオレフィ ンとビニルシラン化合物との共重合体が好ましく用いら

れるものとして挙げられる。 【0008】具体例としては、高密度ポリエチレン、低 10 密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン、ポリプロ ピレン、エチレン・プロピレンブロック共重合体、エチ レン・プロピレンランダム共重合体、ポリ4ーメチルペ ンテンー1、ポリプテンー1、ポリヘキセンー1、エチ レン・酢酸ピニル共重合体、エチレン・ピニルアルコー ル共量合体、エチレン・アクリル酸共運合体、エチレン ・アクリル酸メチル共重合体、エチレン・アクリル酸エ チル共重合体、エチレン・アクリル酸プロピル共重合 体、エチレン・アクリル酸プチル共重合体、エチレン・ アクリル酸2-エチルヘキシル共重合体, エチレン・ア クリル酸ヒドロキシエチル共重合体、エチレン・ビニル トリメトキシシラン共重合体、エチレン・ビニルトリエ トキシシラン共重合体、エチレン・ピニルシラン共重合 体、エチレン・スチレン共重合体、及びプロピレン・ス チレン共重合体などがある。又、塩素化ポリエチレンや 臭素化ポリエチレン、クロロスルホン化ポリエチレンな どのハロゲン化ポリオレフィンも好ましく用いられる。 【0009】 これら (a) 成分のポリオレフィンのなか で特に好ましいものとしては,高密度ポリエチレン(H DPE)、低密度ポリエチレン(LDPE)、線状低密 度ポリエチレン(LLDPE)、ポリプロピレン(P P) 、エチレン・プロピレンブロック共重合体、エチレ ン・プロピレンランダム共重合体、エチレン・酢酸ビニ ル共重合体(EVA)、エチレン・アクリル酸エチル共 重合体(EEA),及びエチレン・ピニルアルコール共 重合体が挙げられ、中でもメルトフローインデックス (MFI) が0.2~50g/10分の範囲のものが最 も好ましいものとして挙げられる。これらは 1 種のみ用 いてもよく、2種以上を組合わせてもよい。

【0010】(b)成分は、主鎖中にアミド基を有する 熱可塑性ポリアミド(以下、ポリアミド)であり、融点 135~350℃の範囲のものが用いられ、しかも (a) 成分のポリオレフィンの融点より高いものであ

り、中でも融点160~265℃の範囲のものが好まし い。かかる(b)成分としては、押出し及び延伸によっ て強靱な繊維を与えるポリアミドが好ましいものとして 挙げられる。

【0011】ポリアミドの具体例としてはナイロン6. ナイロン66、ナイロン6ーナイロン66共重合体、ナ

ン11, ナイロン12, ナイロンMXD6, キシリレン ジアミンとアジピン酸との重縮合体、キシリレンジアミ ンとピメリン酸との重縮合体、キシリレンジアミンとス ペリン酸との重縮合体。キシリレンジアミンとアゼライ ン酸との重縮合体。キシリレンジアミンとセバシン酸と の重縮合体、テトラメチレンジアミンとテレフタル酸の 重縮合体、ヘキサメチレンジアミンとテレフタル酸の重 縮合体、オクタメチレンジアミンとテレフタル酸の重縮 合体、トリメチルヘキサメチレンジアミンとテレフタル 酸の重縮合体、デカメチレンジアミンとテレフタル酸の 重縮合体、ウンデカメチレンジアミンとテレフタル酸の 重縮合体、ドデカメチレンジアミンとテレフタル酸の重 縮合体、テトラメチレンジアミンとイソフタル酸の重縮 合体、ヘキサメチレンジアミンとイソフタル酸の重糖合 体、オクタメチレンジアミンとイソフタル酸の重縮合 体、トリメチルヘキサメチレンジアミンとイソフタル酸 の重縮合体。デカメチレンジアミンとイソフタル酸の重 縮合体、ウンデカメチレンジアミンとイソフタル酸の重 縮合体、及びドデカメチレンジアミンとイソフタル酸の 重縮合体などが挙げられる。

【0012】これらのポリアミドの内、特に好ましい具 体例としては、ナイロン6(PA6)、ナイロン66 (PA66), ナイロン12 (PA12), ナイロン6 ーナイロン66共重合体などが挙げられる。これらの1 種又は2種以上でもよい。これらのポリアミドは,1 0.000~200,000の範囲の分子量を有してい ることが好ましい。

【0013】(c)成分のシランカップリング剤の具体 例としては、ピニルトリメトキシシラン、ピニルトリエ トキシシラン、ビニルトリス (β-メトキシエトキシ) シラン、ピニルトリアセチルシラン、ォーメタクリロキ シブロピルトリメトキシシラン,B一(3.4ーエポキ シシクロヘキシル) エチルトリメトキシシラン、 y ーグ リシドキシプロピルトリメトキシシラン, γーグリシド キシプロピルメチルジメトキシシラン,ァーグリシドキ シプロピルメチルジエトキシシラン, γーグリシドキシ プロピルエチルジメトキシシラン. γ ーグリシドキシブ ロピルエチルジエトキシシラン、N-B-(アミノエチ ル) アミノプロピルトリメトキシシラン、N − β − (ア ミノエチル) アミノプロピルトリエトキシシラン、Nβ- (アミノエチル) アミノプロピルメチルジメトキシ シラン、Ν-β-(アミノエチル) アミノプロピルエチ ルジメトキシシラン、N-β-(アミノエチル) アミノ プロピルエチルジェトキシシラン. y ーアミノプロピル トリエトキシシラン、N-フェニルーyーアミノプロピ ルトリメトキシシラン、γー〔Νー(βーメタクリロキ シエチル) - N。 N - ジメチルアンモニウム (クロライ ド)) プロピルメトキシシラン及びスチリルジアミノシ ランなどが挙げられる。中でも、アルコキシ基などから イロン610、ナイロン612、ナイロン46、ナイロ 50 水素原子を奪って脱離し易い基及び又は極性基とビニル

基とを有するものが特に好ましく用いられる。 【0014】 (c) 成分のシランカップリング剤は、

(a) 成分と(b) 成分100里量部に対し0 1~5.5重量部の範囲が好ましく、特に好ましくは0.2~3.0重量部の範囲である。シランカップリング剤の量が0.1重量部よりも少ないと、強度の高い組成物が得られず、シランカップリング剤の量が5.5重量部よりも多いと弾性率に優れた組成物が得られない。シランカップリング剤の量が0.1重量%より少ないと、(a) 成分及び(b) 成分との間に強固な結合が形成されず、強度の低い組成物しか得られない。一方、シランカップリング剤の量が5.5重量%より多いと、成分(b) は良好な微細繊維にならないので、やはり弾性率に劣る組成物しか得られない。

【0015】(c) 成分のシランカップリング剤を用いる場合は、有機過酸化物を併用することができる。有機過酸化物を併用することができる。有機過酸化物を併用することにより(a) 成分の分子鎖にラジカルが形成されシランカップリング剤と反応することにより(a) 成分とシランカップリング剤の反応は促進されるからである。有機過酸化物の使用量は(a) 成分100重量部に対して0.01~1.0重量部である。有機過酸化物としては1分間の半減期温度が、(a) 成分の融点或いは(c) 成分の融点のいずれか高い方と同じ温度ないし、この温度より30℃程高い温度範囲であるものが好ましく用いられる。具体的には1分間の半減期温度が110~200℃程度のものが好ましく用いられる。

【0016】有機過酸化物の具体例としてはジーαーク ミルパーオキサイド、1、1ージーtープチルパーオキ シー3, 3, 5ートリメチルシクロヘキサン、1, 1ー ジー t ープチルパーオキシシクロヘキサン、2、2ージ ーt-ブチルパーオキシブタン、n-ブチル4,4-ジ ー t ープチルパーオキシバレリネート、2,2ービス (4, 4-ジー t ープチルパーオキシシクロヘキサン) プロパン、2, 2, 4ートリメチルペンチルパーオキシ ネオデカネート、αークミルパーオキシネオデカネー ト、tープチルパーオキシネオヘキサネート、tープチ ルパーオキシピパレート、tープチルパーオキシアセー ト、tープチルパーオキシラウレート、tープチルパー オキシベンゾエート、モーブチルパーオキシイソフタレ -トなどが挙げられる。中でも1分間の半減期温度が溶 融混練温度ないしこの温度より30℃程高い温度の範囲 であるもの、具体的には1分半減期温度が80~260 ℃程度のものが好ましく用いられる。

【0017】(b) 成分はその殆どが微細な繊維として上記マトリックス中に均一に分散している。具体的にはその70重量%,好ましくは80重量%,特に好ましくは90重量%以上が微細な繊維として分散している。

(b) 成分の繊維は、平均繊維径が1μm以下で平均繊維長が100μm以下であることが好ましい。アスペク

ト比 (繊維長/繊維径の比) は20以上であり1.00 0以下であことが好ましい。そして、(a) 成分は (b) 成分と界面で結合している。(a) 成分と(b) 成分の割合は(a) 成分は90~40重量部、(b) 成 分は10~60重量部、特に好ましくは(a) 成分は1 5~35重量部、(b) 成分は85~65重量部である。(b) 成分の割合が10重量部より少ないと弾性率 或いは強度の向上効果が少なく、(b) 成分の割合が6 0重量部より多いと成形品の表面光沢が損なわれる。 [0018] 次に本発明のポリオレフィンーポリアミド 樹脂組成物の製造方法について説明する。以下の工程か 5製造される。

(1) (a) 成分のポリオレフィンと(c) 成分のシランカップリング剤とを溶融混練して化学変成する工程。 (2) (c) 成分で化学変成した(a) 成分に(b) 成

(2) (c) 成分で化学変成した(a) 成分に(b) 成分のポリアミドを(b) 成分の融点以上で溶融混練する 工程,(3)(c)成分で化学変成した(a)成分に

(b) 成分のポリアミドを(b) 成分の融点以上で溶験 温練・化学変成して押出す工程。(4)溶験温練・化学 変成した押出物を(a) 成分の融点以上でしかも(b) 成分の融点以下でドラフトをかけつつ延伸又は圧延する 工程。(5) 延伸又は圧延した組成物を室温に冷却して ベレタイズする工程。からなる。

【0019】(1) (a) 成分のポリオレフィンと (c) 成分のシランカップリング剤とを溶酸混練(以下 同様) して化学変成する工程について説明する。溶酸混練温度は (a) 成分の融点以上である。融点より30℃高い温度である。融点より30℃高い温度である。融点より30℃高い温度で溶酸混練すると (c) 成分のシランカップリング剤と反応して化学変成される。溶融湿練は樹脂やゴムの湿練に通常用いられている装置で行うことができる。このような装置としてはパンパリー型ミキサー・ニーダー・ニーダーエキストルーダー、オープンロール、一軸混練機、二軸混練機などが用いられる。これらの装置の中では短時間で且つ連続的に溶融混練が行える点で二軸混練機が最も好ましい。

【0020】(2) (c) 成分で化学変成した(a) 成分に(b) 成分の熱可塑性ポリアミドを(b) 成分の融点以上で溶験混練する工程について説明する。溶酸混練湿度は(b) 成分の融点以上である。融点より10℃高い温度である。溶酸混練湿度が(b) 成分の触点より低いと混練できないし、繊維状に分散しないので、融点より高い温度、特に好ましくは20℃高い温度で溶酸混練する。

【0021】 (3) (c)成分で化学変成した(a)成分に(b)成分のポリアミドを(b)成分の融点以上で 溶融混練・化学変成して押出す工程について説明する。

押出しする工程において得られた混練物を紡糸口金或 いはインフレーションダイ又はTダイから押出す。紡 糸、押出しのいずれも成分(b)の融点より高い温度で

特開平11-106570

実施する必要がある。具体的には、(b)成分の融点よ り高い湿度。この融点より30℃高い温度の範囲で実施 することが好ましい。本工程で成分(b)の融点より低 い温度で溶融・温練を行っても、温練物は(a)成分か らなるマトリックス中に(b)成分の微細な粒子が分散 した構造にはならない。従って、かかる混練物を紡糸・ 延伸しても、(b)成分は微細な繊維にはなり得ない。

【0022】(4)溶融混練・化学変成した押出物を (a) 成分の動点以上でしかも(b) 成分の融点以下で ドラフトをかけつつ延伸又は圧延する工程について説明 10 する。押出された紐状乃至糸状紡糸は、連続的に冷却、 延伸、又は圧延処理して行われる。冷却・延伸又は圧延 処理は、(b)成分の融点より10℃以下の低い温度で 行われる。延伸及び圧延することにより、より強固な織 維が形成されるので繊維強化樹脂組成物としての特性が より発揮できてより好ましい。延伸又は圧延は、例えば 混練物を紡糸口金から押し出して紐状ないし糸状に紡糸 し、これをドラフトを掛けつつホビンなどに巻き取る。 または、切断してペレットにするなどの方法で実施でき る。ここでドラフトを掛けるとは、紡糸口金速度より巻 取速度を高くとることを言う。巻取速度/紡糸口金速度 の比 (ドラフト比) は、1. 5~100の範囲とするこ とが好ましく、更に好ましくは2~50の範囲、特に好 ましくは3~30である。

【0023】(5)延伸又は圧延した組成物を窒温に冷 却してペレタイズする工程について説明する。ペレット 化することにより機脂やゴム成分などを追加して均一に 湿練できるから、ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成 物としてはペレット状のものを用いることが好ましい。 ペレット状の樹脂組成物を用いれば、樹脂組成物はエラ ストマーと均一に混練でき、微細な繊維が均一に分散し た強化エラストマー組成物が容易に得られるからであ

【0024】上記各第1、第2、及び第3工程は工程毎 に分離して説明したが、(a)成分、(b)成分、及び (c) 成分を供給できる第1供給口,第2供給口及び第 3供給口を有し、且つ各供給口に対応する第1混練帯、 第2混練帯及び第3混練帯を有する二軸混練機を用いて 一括して連続的なプロセスで処理することも可能であ る。そうすることにより経済的、安定した、安全な製造 40 方法になる。

【0025】本発明のポリオレフィンーポリアミド樹脂 相成物には、このほかカーボンプラック。<u>ホワイトカー</u> ボン、活性炭酸カルシウム、超微粒子珪酸マグネシウ ム、ハイスチレン樹脂、フェノール樹脂、リグニン、変 成メラミン樹脂、クマロンインデン樹脂、石油樹脂など の補助剤、炭酸カルシウム、塩基性炭酸マグネシウム、 クレー、亜鉛華、珪草土、再生ゴム、粉末ゴム、エボナ イト粉など各種の充填剤、アミン・アルデヒド類、アミ ン・ケトン類,アミン類,フェノール類,イミダゾール 50 レスした。引張試験を行った。結果を表1に示した。

類、含硫黄系酸化防止剤、含燐系酸化防止剤などの安定 剤及び各種顔料を含んでいてもよい。

[0026]

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して、本発明に ついてより具体的に説明するが本発明はこれらの実施例 の範囲に限定されるものではない。実施例及び比較例に おいて、ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物の物性 は以下のようにして制定した。

機維形状:;形態・分散性と平均繊維径: 樹脂相成物 をトルエンに溶解して繊維分を取り出し洗浄した後走査 型電子顕微鏡で観察し、微細な繊維で分散している場合 は分散性良好:〇、微細な繊維やフィルム状で凝集して 分散不良;×、で評価した。分散性良好な場合は、分散 した微細線機200本について、上記の走査型電子顕微 鏡で繊維径を測定し、その平均を求めて平均繊維径とし

引張強度・引張弾性率・伸び:; JIS K6760 に準じて温度23℃。引張速度200mm/minで、 引張強度、引張弾性率及び伸びを求めた。

樹脂及びゴムへの分散性評価:;190℃に設定したブ ラベンダープラストグラフに低密度ポリエチレン35g を投入してポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物5g を加えて5分間混練した。混練物を取り出して内眼で見 ると共に走査型電子顕微鏡で観察して分散性を評価し た。分散性良好:〇、繊維やフィルム状のものが凝集し た分散状態;×で評価した。

【0027】 (実施例1) (a) 成分として低密度ポリ エチレン (宇部興産社製, F522、融点110℃, M FR=5.0 (g/10min)] 100選集部に

(c) 成分として y ーメタクリロキシプロピルトリメト キシシラン1.0重量部と酸化防止剤のイルガノックス 1010を0.5重量部及び過酸化物としてジーαーク ミルパーオキサイド (濃度40%) を0.5重量部を混 合して170℃に加熱した450の二軸押出機に投入し 混練してペレット化した。シラン変性ポリエチレンを得 た。得られたシラン変性ポリエチレン50重量部とナイ ロン6 (宇部興産社製, 1030B, 融点215~22 5℃) 50重量部と更にイルガノックス1010を0. 5重量部を235℃に設定した3mmφのダイスを付け た二軸押出機に投入して混練、ダイスよりストランド状 に押し出し、空気で冷却して引き取りロールでドラフト 比7で引取り5インチロール間で室温で1.5倍延伸し てペレタイズした。ペレット化した形状は径1mm, 長

さ3mmであった。得られたペレットを熱トルエンでポ リエチレンを溶出した。不溶分は攪拌羽根にまとわりつ かず、懸濁液は均一であった。不溶分はを走査型電子顕 微鏡で観察すると径が $0.3 \mu m$ の微細な繊維状であっ た。又、ペレットを150℃に加熱したプラベンダープ ラストグラフで5分配練し2mmの厚さに120℃でプ (6)

特開平11-106570

9

【0028】 〔比較例1〕 y ーメタクリロキシプロビルトリメトキシシランとジーαージクミルパーオキサイドを加えなかった他は実施例1と同様にして低密度ポリエチレン、ナイロン6を混練して押し出しストランドは吐出変動をおこしてドラフトを調整してどうにか巻き取ることができベレット化した。このペレットについて、それぞれの物性を測定した。熱トルエン不溶分はフィルム状(厚さ10~30μm)やペレット状であった。ブラベンダープラストグラフで同様に処理した。結果を表1

に示した。

【0029】〔実施例2~5〕低密度ポリエチレンとナイロン6を表1のように配合して実施例1と同様に処理してそれぞれペレット化した。結果を表1に示した。 【0030】〔比較例2~3〕低密度ポリエチレンとナイロン6を表1のように配合して実施例1と同様に処理してそれぞれペレット化した。結果を表1に示した。 【0031】

10

【表1】

	实施例				比較例					
成分(重量部)	1	2	3	4	5	1	2	3		
(a) LDPE	50	8 0	70	6 0	55	9 5	3 5	3 5		
(b) NA 6	5 0	20	3 0	4 0	4 5	5	6 5	8 5		
(c) カップリング剤	0.5	0.8	0.7	0.6	0.55	0	0.9	0. 35		
ドラフト単	7	10	10	10	10	10	10	0~20		
総 糸切れ	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	切れ		
繊維の性状*	数細	微網	数据	粉補		フィル		フィル		
維維維羅ル加	0. 3	0.3	0. 3	0.3	0.8	10~6	0.8	0. 6~i		
引張 強度 kg/cm²	250	800	290	270	250	100	310	200		
伸び %	500	520	510	500	500	300	520	150		
特性 学性率 20/00	1.000	890	930	940 1	. 050	12,000	810	1, 410		

LDPE:字部興產程, 低密度, F522. MFI=5. NA=108℃

PA6 :字部映座観 1030B, 磁点=215~225℃

カップリング解: 信館シリコーン製 KBM503、 ャーメタロキシブロビル

トリメトキシシラン

繼續の性状\*:機細な短機維を意味。

【0032】 [実施例6~9] ドラフト比を表2のように変えた以外は実施例1と同様に行った。結果を表2に示した。

(比較例4~5)

【0033】ドラフト比を表2のように変えた以外は実施例1と同様に行った。結果を表2に示した。

[0034]

40 【表2】

(7)

11

特開平11-106570

実施例									比較例				
炙	分(重量部)		в		7		8		9		4		5
(a)	LDPE	5	0	5	0	5	O.	5	0	5	0	5	D
<b>(b)</b>	PA6	5	0	5	0	5	0	5	0	5	0	5	O
(c)	カップリング剤	0.	5	6.	5	0.	5	0.	5	0.	5	0	. 5
	ドラフト率		5	1	5	:	0	5	0		0	10	0
	糸切れ	t	r C	ŧ,	il	Ť.	rL	72	i	7	じ	例和	頻繁
	無難の性状	ä	白色	初	鼬田	ŧ		ਰ	di	微	Ġ.	誰	SHEEL SHEEL
维	<b>維維経</b> μm	0.	5	ø.	8	0.	2	0.	2	1~	-2	0.	3~1
71	LOBEO への分散	生	0		0		0		0	-	0		×
;	BF( PE) への分散d	<b>4</b>	O		0		0		0		0		×

【0035】 [実施例 10~16] ポリオレフィンとナ 20 グレードを表4にまとめて示した。 イロンの種類を変えた以外は実施例 1と同様に行った。 【0036】 結果を表3に示した。実施例及び比較例で使用した樹脂 【表3】

		夹桩例						
戍	分(重量部)	10	1 1	1 2	18	1 4	15	16
(a)	LDPE				5 0			
	HDPE					5 0		
	EVA						5 9	
	EEA							50
	PP, homo	50						
	PP, block		50					
	PP. random			5 0				
<b>(b)</b>	PA6		5 0	5 0			5 0	
	PA66	50			50	5 0		
	PA12							50
<b>(c)</b>	カップ	6. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0, 5
	リングオ	ī						ر.
—— 数	機能の性状	alsane:	微板	粉細	distant.	and the same of th		####
維	<b>编程</b> 程 μπ	0, 3	0. 4	0. 3	0. 8	0. 2	0, 4	0. 6
515	· 強度kg/ca	270	240	210	260	280	260	310
Atte			470	500	496	510	510	430

[0037]

(8)

特開平11-106570

14

13

【表4】 MF 1 (g/10分) 融点(C) 樹 盥 メイカー グレード 107 2 LDPE UBE F222 125~135 7, 5 HDPE N C 8070 101 Z EVA UBE V206 104~110 NPO 8 A1800 EEA 165~170 J105W, homo GRP PP 180~165 GRP J704W. block PΡ 160~165 GRP J215W. random 9 PP 215~225 UBE 1030B PA6 255~2B5 2026B PASS UBE

UBE:宇部興遊(株)

PA12 UBB

N C: 日畝化学(株)

3035U

NPO: 日本ポリオレフィン (株) GRP: グランドポリマー (株)

#### [0038]

[発明の効果] 本発明のポリオレフィンーポリアミド樹 脂組成物はポリオレフィンマトリックス中に平均繊維径 がO. 2~O. 6 µ mの微細なポリアミド繊維が均一に 分散していると共に、ポリオレフィンと繊維が界面で結 合している。ペレット状態で得られるので樹脂やゴムに 混練した場合には分散性が容易で補強性を有する。従っ て、本発明の組成物は取扱が容易なポリオレフィンーポ リアミド樹脂組成物を提供できる。

176~1B0

### フロントページの続き

(51) Int.C1.8

識別記号

COBK 7/02

COSK 7/02 COSL 77/00

COSL 77/00

(72)発明者 中山 喜美男

千葉県市原市五井南海岸8番の1 宇部興

産株式会社高分子研究所